```
Patent No Kind Lan Pg Main 1Pt 5 D04B-021/16
                                        Filing Notes
Abstract (Basic): JP 11269747 A
         NOVELTY - Knitted garment consists of front and back fabric layers
    which are joined by stitching with sewing thread made of
    polytrimethylene terephthalate (PTMT) fiber.
    USE - For knitting front and back fabric layers stuffed with cushioning materials such as a lining and shoulder pads.
         ADVANTAGE - Provides excellent fit and shape retaining properties.
    Also has good elongation, thereby providing good elasticity:
         Dwg. 0/0
Derwent Class: F04
International Patent Class (Main): D04B-021/16
International Patent Class (Additional): D04B-001/00
DIALOG(R) File 352: Derwent WPI
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.
WPI Acc No: 1999-347741/199929
Polyester fiber suitable for use in clothing
Patent Assignee: ASAHI KASEI KOGYO KK (ASAH
Inventor: FUJIMOTO K; KATO J
Number of Countries: 022 Number of Patents: 003
Patent Family:
                                Applicat No
Patent No
                                                 Kind
                                                        Date
                Kind
                       Date
                                                      19981126· 199929 B
WO 9927168
                A1 19990603
                                WO 98JP5328
                                                  Α
                                JP 97339502
EP 98955944
                                                      19971126
                                                                 199936
                     19990629
                                                  Α
JP 11172526
                 Α
                                                      19981126
                                                                 200044
                 A1 20000906
                                                  Α
EP 1033422
                                WO 98JP5328
                                                      19981126
                                                  Α
Priority Applications (No Type Date): JP 97339502 A 19971126
Patent Details:
Patent No Kind Lan Pg Main IPC WO 9927168 Al J 50 DOIF-006/62
                                         Filing Notes
    Designated States (National): JP KR US
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU
 MC NL PT SE
JP 11172526
                        7 D01F-006/62
                          D01F-006/62
                                         Based on patent WO 9927168
 EP 1033422
                A1 E
    Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI
    LU MC NL PT SE
 Abstract (Basic): WO 9927168 Al
         NOVELTY - A polyester fiber comprises at least 90 wt. %
     polytrimethylene terephthalate and has specific mechanical and physical
     properties.
          DETAILED DESCRIPTION - The polyester fiber has a peak thermal
     stress of 0.1 - 0.35 g/d, a boiling-water shrinkage of 5 -16 %, a
     strength of 3 g/d or higher, an elongation of 20 60%, and its physical
     properties satisfy the following relation.
          0.18 - Q/R at most 0.45
          Q (g/d)=modulus;
          R (%) = elastic recovery
          The polyester fiber exhibits a peak loss tangent at 90 - 120
     degreesC.
          USE - The polyester fiber is suitable for use in applications such
      as underwear, outerwear, sportswear, leg wear, back fabrics, and
     swimming suits.
          ADVANTAGE - The process stably produces the fiber at a high
      efficiency. The fiber has excellent properties such as dyeability,
      processability, thermal-settability, etc.
          pp; 50 DwgNo 0/4
 Derwent Class: A23; A94; F01
```

世界知的所有権機関 際 事 務 局 特許協力条約に基づいて公開された国際出願



(51) 国際特許分類6 D01F 6/62

(11) 国際公開番号 A1

WO99/27168

(43) 国際公開日

(74) 代理人

1999年6月3日(03.06.99)

(21) 国際出願番号

PCT/JP98/05328

(22) 国際出願日

1998年11月26日(26.11.98)

(30) 優先権データ

特願平9/339502

1997年11月26日(26.11.97)

JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, (81) 指定国 DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

弁理士 石田 敬, 外(ISHIDA, Takashi et al.)

〒105-8423 東京都港区虎ノ門三丁目5番1号 虎ノ門37森ビル 背和特許法律事務所 Tokyo,(JP)

添付公開書類

国際調査報告書

(71) 出願人(米国を除くすべての指定国について) 旭化成工業株式会社

(ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA)[JP/JP] 〒530-8205 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号 Osaka, (JP)

(72) 発明者:および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ)

藤本克宏(FUJIMOTO, Katsuhiro)[JP/JP]

〒882-0036 宮崎県延岡市桜園町22 桜園アパート122

Miyazaki, (JP)

加藤仁一郎(KATO, Jinichiro)[JP/JP]

〒882-0036 宮崎県延岡市桜園町34 東旭アパート333

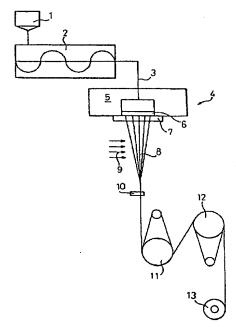
Miyazaki, (JP)

(54)Title: POLYESTER FIBER WITH EXCELLENT PROCESSABILITY AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54)発明の名称 加工性に優れたポリエステル繊維及びその製造方法

(57) Abstract

A polyester fiber which comprises at least 90 wt.% polytrimethylene terephthalate and has a peak thermal stress of 0.1 to 0.35 g/d, a boiling-water shrinkage of 5 to 16 %, a strength of 3 g/d or higher, and an elongation of 20 to 60 %, and in which the relationship between modulus Q (g/d) and elastic recovery R (%) satisfies expression (1): 0.18≤O/R≤0.45 and the loss tangent has a peak at 90 to 120 °C. The polyester fiber is a polytrimethylene terephthalate fiber whose elongation, thermal stress, and boiling-water shrinkage are in respective adequate ranges, and gives a woven or knit fabric which is prevented from suffering excess thermal shrinkage during processing and has a low modulus and soft texture. Hence, the polyester fiber is suitable for use in applications such as innerwear, outerwear, sportswear, legwear, back fabrics, and swimming suits. This polyester fiher can be industrially produced stably at high efficiency by a process in which spinning and stretching are successively conducted and the unstretched fiber does not change with time.



90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、熱応力のピーク値が0.1~0.35g/d、沸水収縮率5~16%、強度3g/d以上、伸度20~60%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90~120℃を示すポリエステル繊維

 $0.18 \le Q/R \le 0.45$ · · · 式(1)。

本発明のポリエステル繊維は、適切な範囲の伸度、熱応力、沸水 収縮率を備えたポリトリメチレンテレフタレート繊維であって、そ の織編物は過度の熱収縮が加工中抑制され、低弾性率でソフトな風 合を発現する。従って、本発明のポリエステル繊維はインナー、ア ウター、スポーツ、レッグ、裏地、水着などの用途に適する。なお 、このポリエステル繊維は、未延伸糸の経時変化を無くした紡糸ー 延伸を連続して行う方法により高い生産性の下で工業的に安定製造 することができる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

ALM TU2 ABBEFGJRY AFCHINNUY 2EKAAAATU2 ABBEFGJRY AFCHINNUY 2DEKELMNUY 2DEKE

EFFEGGGGGGGGHH1LLLLLJKKKKLL EFFEGGGGGGGGHH1LLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGGHH1LLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGGHHLLLLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGHHLLLLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGHHLLLLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGHHLLLLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGHHLLLLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGHHLLLLLLJKKKKKLL EFFEGGGGGGGGHHLLLLLLJKKKKKLL

スーダン スウェーデン

明 細 書

加工性に優れたポリエステル繊維及びその製造方法

技術分野

本発明はポリトリメチレンテレフタレート繊維に関する。更に詳しくは、適度な熱応力と沸水収縮率を備えたポリトリメチレンテレフタレート繊維であり、そのために繊編物を作成した時に布帛が過度に収縮して風合いが硬くなることがなく、本来のポリトリメチレンテレフタレート繊維の低弾性率から期待されるソフトな風合いや優れた発色性が発現され、特にインナー、アウター、スポーツ、裏地、レッグ、水着等の用途に適したポリトリメチレンテレフタレート繊維に関する。

背景技術

テレフタル酸またはテレフタル酸ジメチルに代表されるテレフタル酸の低級アルコールエステルと、トリメチレングリコール(1、3ープロパンジオール)を重縮合させて得られるポリトリメチレンテレフタレート(以下「PTT」と略す)を用いた繊維は、低弾性率(ソフトな風合い)、優れた弾性回復性、易染性といったポリアミドに類似した性質と、耐光性、熱セット性、寸法安定性、低吸水率といったポリエチレンテレフタレート(以下「PET」と略す)繊維に類似した性能を併せ持つ画期的なポリマーであり、その特徴を生かしてBCFカーペット、ブラシ、テニスガット等に応用されている(米国特許第3584108号公報、米国特許第3681188号公報、J. Polymer Science: Polymer Physics Edition Vol. 14, P263ー

2 7 4 (1 9 7 6)、Chemical Fibers International Vol. 4 5, April (1 9 9 5) P 1 1 0 - 1 1 1、特開平 9 - 3 7 2 4 号公報、特開平 8 - 1 7 3 2 4 4 号公報、特開平 5 - 2 6 2 8 6 2 号公報)。

すなわち、PTTを用いると、ポリアミド繊維の特徴である低弾性率(ソフトさ)、優れた弾性回復性、易染性を有し、欠点である耐光性、熱セット性等が低いといった性質が改善された繊維が得られるので、衣料用素材としてポリアミド繊維を凌駕できる繊維を提供することができる可能性がある。

特開昭 5 2 - 5 3 2 0 号公報 (A)、特開昭 5 2 - 8 1 2 3 号公 報 (B)、特開昭 5 2 - 8 1 2 4 号公報 (C)、特開昭 5 8 - 1 0 4216号公報(D)等に開示されている衣料用途に向けられたP TT繊維は、例えば300~3500m/minで溶融紡糸を行い 、一度未延伸糸を得、この未延伸糸を少なくとも未延伸糸のガラス 転移点以上の温度、すなわち35℃以上の温度を与えながら一段も しくはそれ以上の多段熱延伸する方法で得られたものである。本発 明者らの検討によれば、このような方法では得られる繊維は、熱を 付与した時に繊維が縮もうとする力のパラメーターである熱応力が 高く、熱を付与した時に縮む量のパラメーターである沸水収縮率も ある程度の値を示すために、織編物に調製した後の精練、プレセッ ト、アルカリ減量、染色、ファイナルセットといった室温以上の温 度を加える加工工程で織編物が過度に収縮し、PTT繊維の本来の 低弾性率から期待されるソフトな風合いが発揮されず、ごわごわし た硬い布帛になってしまう傾向にある。これを避けるために、予め 収縮を考慮して織編の密度を小さくして織り編みを行うとソフトな 風合いはある程度達成されるが、加工段階で織編の組織にずれが起 こりやすくなり安定して織編物を得ることが困難となったり、使用

時にそのような状況が起こってしまう重大な欠点を有する。更に、これら公知のPTT繊維はPET繊維よりも発色性に優れるが、常圧で染色すると淡色については問題はないが、濃色、黒色には染まりにくい欠点、すなわち、常圧可染糸としては発色性に乏しいという問題があった。

また、前述の公知公報に開示された技術は、いずれも溶融紡糸し た未延伸糸を一度巻き取った後に、延伸するといった方法を用いて いる。PTTはPETと異なり、ガラス転移点が30~50℃と室 温に近く、また結晶化が室温付近でもPETに比べかなり速く進行 する。すなわちPETは結晶化度の低い未延伸糸を室温付近で保管 していてもほとんど微細構造や特性が変化しないのに対して、PT Tでは微結晶の生成や、分子の配向緩和による繊維の収縮などが発 生する。微結晶が生成すると毛羽、糸切れの発生や延伸糸に物性む らが起きやすくなってしまう。また未延伸糸が収縮すると未延伸糸 チーズの内層では糸層が堅く締まってしまい、解舒時張力が高くな ると共に、張力変動も大きくなり、このため延伸むらや毛羽、糸切 れが多発してしまう。更に、PTTの未延伸糸は時間とともに最適 な延伸温度や延伸倍率が変わってしまうために、毛羽や糸切れのな い衣料用途に適したPTT繊維を工業的に安定して生産することは 極めて困難である。このような経時変化を抑制するために、公開公 報B、D開示の方法では未延伸糸の複屈折率を高くしたり、公開公 報C開示の方法では二段階で高温の熱処理を施したり、公開公報D に開示された方法では延伸温度を最適化したりしている。しかしな がら、これらの方法は未延伸糸経時の影響を完全になくす方法を示 唆してはいない。更にこれらの公知方法はいずれも紡糸、延伸とい った2段階の工程が必要となるため、生産性を上げることが困難で あり、繊維の製造コストは高くならざるを得ない。

PET 繊維やポリアミド繊維を製造する際に用いられる紡糸一延 伸を連続して行う、いわゆるスピンドローテイクアップ法(以下、 「SDTU法」と略記)によって、PTT繊維を製造することによ り上記の問題が解決できる可能性がある。しかし、このことに関し ては、従来殆ど知られてはいない。本発明者らの検討によると、P TT繊維をPET繊維やポリアミド繊維に用いられるSDTU法を 用いて製造した場合、糸管に巻き取られた繊維が著しく収縮し、そ の収縮力によって糸管が締めつけられる。このような場合たとえ数 百グラムといった少量の巻き取りであっても、チーズ状パッケージ を巻取り機のスピンドルからとり外すことができなくなってしまう 場合がある(以下、この現象を巻締りという)。またこのような状 況で巻量を増加させると、たとえ強度の大きい糸管を使うことによ り巻取り機のスピンドルから取り外すことができたとしても、繊維 の収縮力によってバルジと呼ばれるパッケージ端面が膨れる現象が 見られる。バルジが発生すると後加工などで繊維を解舒する際に大 きな解舒張力が発生し、糸切れ、毛羽、染色むらが起こりやすくな る。これら2つの現象、いわゆる巻締りが発生するのは、PTT分 子がジグザグ構造をしているために、ガラス転移点が室温近くにあ り、また弾性回復率が高いために巻取った後でも糸が大きく収縮す るといったPTT特有の問題が原因であると推察される。

お糸ー延伸を連続して行う方法については、WO-960080 8号や特表平9-3724号公報に記載されている。しかしながら、いずれも紡糸ー延伸後に連続して捲縮加工を行うカーペット用嵩高糸に関しての記載しかなく、本発明の目的である熱応力や沸水収縮率等を所定の値とした衣料用用途に適した繊維を得ることや、巻締りの抑制といった技術について記載がない。Chemical Fibers International Vol. 47, Fe bruary, 1997, P72にも紡糸一延伸を連続して行う方法が記載されているが、その開示は製造概念、装置に関して言及するにとどまるもので、繊維の熱応力、沸水収縮率等を所定の値とした衣料用繊維に適した繊維の製造技術に関して示唆がない。

発明の開示

本発明の第一の目的は、織編物を調製した時に過度に布帛が収縮して風合いが堅くなることがなく、本来のPTT繊維の低弾性率から期待されるソフトな風合いが発現される、発色性に優れたPTT繊維を提供することである。

本発明の第二の目的は、紡糸-延伸を連続して行うことにより未延伸糸の経時変化の影響をなくし、工業的に安定してかつ生産性が高く、低コストなPTT繊維の製造法を提供することである。

図面の簡単な説明

図1は糸のチーズ状パッケージの正常状態の形状を概念的に示す図である。

図2はバルジの発生した糸のチーズ状パッケージの形状を概念的に示す図である。

図3は紡糸ー延伸を連続して行う繊維の一つの製造方法を概念的に説明する図である。

図4は紡糸-延伸を連続して行う繊維の他の製造方法を概念的に説明する図である。

本発明者らは繊維の熱応力と沸水収縮率等の特性が特定の領域に あるPTT繊維が、織編物を調製した時に布帛が過度に収縮して風 合いが硬くなることがなく、本来のPTT繊維の低弾性率から期待

されるソフトな風合いが発現され、発色性に優れるとの知見を見出した。また、PTT繊維をSDTU法で製造する際に、特定のリラックス条件下に繊維を巻取る特殊なSDTU法を見出し、本発明を完成した。

すなわち本発明は、90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、熱応力のピーク値が0.1~0.35g/d、沸水収縮率5~16%、強度3g/d以上、伸度20~60%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90~120℃であることを特徴とするポリエステル繊維を提供するものである。

0. 18 ≤ Q / R ≤ 0. 45 ····式 (1)

本発明に用いるポリマーは、90重量%以上がPTTから構成されたポリエステルである。

ここでPTTとは、テレフタル酸を酸成分としトリメチレングリコール(1、3ープロパンジオールともいう)をジオール成分としたポリエステルである。PTTには、10重量%以下で他の共重合成分を共重合してもよい。そのような共重合成分としては、5ーナトリウムスルホイソフタル酸、5ーカリウムスルホイソフタル酸、3・カージカルボン酸ベンゼンスルホン酸テトラメチルホスホニウム塩、3・5ージカルボン酸ベンゼンスルホン酸トリブチルメチルホスホニウム塩、2・6ージカルボン酸ナフタレンー4ースルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、2・6ージカルボン酸ナフタレン・カルボン酸テトラメチルホスホニウム塩、3・5ージカルボン酸テトラメチルホスホニウム塩、3・5ージカルボン酸テトラメチルホスホニウム塩、3・5ージカルボン酸インスルホン酸アンモニウム塩、1・2ーブタンジオール、ネオペンチス・1・3ーブタンジオール、1・4ーブタンジオール、ネオペンチ

ルグリコール、1.5ーペンタメチレングリコール、1,6ーへキサメチレングリコール、ヘプタメチレングリコール、オクタメチレングリコール、オクタメチレングリコール、デカメチレングリコール、ドデカメチレングリコール、1,4ーシクロへキサンジオール、1,4ーシクロへキサンジメタノール、1,3ーシクロへキサンジメタノール、1,3ーシクロへキサンジメタノール、1,2ーシクロへキサンジメタノール、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ヘプタン二酸、オクタン二酸、セバシン酸、ドデカン二酸、2ーメチルグルタル酸、2ーメチルアジピン酸、フマル酸、マレイン酸、イタコン酸、1,4ーシクロへキサンジカルボン酸、1,3ーシクロへキサンジカルボン酸、1,2ーシクロへキサンジカルボン酸等のエステル形成性モノマーが挙げられる。

また、必要に応じて、各種の添加剤、例えば、艶消し剤、熱安定剤、消泡剤、整色剤、難燃剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤、結晶核剤、蛍光増白剤などを共重合、または混合してもよい。

本発明に用いるポリマーの極限粘度 [n] は 0. 4~1. 5 が好ましく、更に好ましくは 0. 7~1. 2 である。この範囲で、強度、紡糸性に優れた繊維を得ることができる。極限粘度が 0. 4 未満の場合は、ポリマーの分子量が低すぎるため紡糸時の糸切れや毛羽が発生しやすくなるとともに、衣料用繊維に要求される強度の発現が困難となる。逆に極限粘度が 1. 5 を越える場合は、溶融粘度が高すぎるために紡糸時にメルトフラクチャーや紡糸不良が生じるので好ましくない。

本発明に用いるポリマーの製法として、公知の方法をそのまま用いることができる。例えば、テレフタル酸、またはテレフタル酸ジメチルとトリメチレングリコールを原料とし、チタンテトラブトキ

シド、チタンテトライソプロポキシド、酢酸カルシウム、酢酸マグ ネシウム、酢酸亜鉛、酢酸コバルト、酢酸マンガン、二酸化チタン と二酸化ケイ素の混合物といった金属塩の1種あるいは2種以上を 0. 03~0.1wt%加え、常圧下あるいは加圧下でエステル交 換率90~98%でビスヒドロキシプロピルテレフタレートを得、 次に、チタンテトライソプロポキシド、チタンテトラブトキシド、 三酸化アンチモン、酢酸アンチモンといった触媒の1種あるいは2 種以上を0.03~0.15wt%、好ましくは0.03~0.1 wt%添加し、250~270℃で減圧下反応させる。重合の任意 の段階で、好ましくは重縮合反応の前に安定剤を入れることが白度 の向上、溶融安定性の向上、PTTオリゴマーやアクロレイン、ア リルアルコールといった分子量が300以下の有機物の生成を制御 できる観点で好ましい。この場合の安定剤としては、5価または/ および3価のリン化合物やヒンダードフェノール系化合物が好まし い。5価または/および3価のリン化合物としては、トリメチルホ スフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、 トリフェニルホスフェート、トリメチルホスファイト、トリエチル ホスファイト、トリブチルホスファイト、トリフェニルホスファイ ト、リン酸、亜リン酸等が挙げられ、特に、トリメチルホスフェー トが好ましい。ヒンダードフェノール系化合物とは、フェノール系 水酸基の隣接位置に立体障害を有する置換基を持つフェノール系誘 導体であり、分子内に1個以上のエステル結合を有する化合物であ る。具体的には、ペンタエリスリトールーテトラキス [3-(3, 5-ジーtert-ブチルー4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート] 、 1 , 1 , 3 ートリス (2 ーメチルー4 - ヒドロキシー 5 - tert ーブチルフェニル) ブタン、1,3,5-トリメチルー2,4,6 -トリス (3, 5-ジーtertープチルー4-ヒドロキシベンジル)

ベンゼン、3, $9- \forall Z$ (2-[3-(3-tert-ブチル-4-tert- vert- v

本発明のポリエステル繊維は、熱応力のピーク値が 0. 1~0.35g/d、沸水収縮率 5~16%であることが必要である。ツフトな風合いを有した布帛を得るためには、繊維を収縮させる適度な力と実際に収縮する適度な量が満足されることが必要であり、その条件がこれに相当する。熱応力のピーク値が 0.35g/dを起えると収縮力が大きすぎて得られた布帛が堅くなってもまう。また、0.1g/d未満では収縮力が小さすぎて布帛組織によるフィイクはものになってもまるが、メントの拘束力の方が収縮力よりも大きいために収縮が起こらず、メントの拘束力の方が収縮力よりものになっても適度な収縮を起こるが可能となり非常にソフトな風合いを有した布帛を得ることが可能となり非常にソフトな風合いを有した布帛を得ることができるので特に好ましい。沸水収縮率が5%未満では、熱応力のピーク値が高くても収縮する量が小さすぎて布帛がペーパーライク

になってしまう。16%を越えると収縮が大きすぎて目的とする大きさあるいは幅の布帛を得ることが困難になるなど、後加工での取り扱いが難しくなる。好ましくは、7~14%、更に好ましくは8~12%である。

本発明のポリエステル繊維は、更に、前述の熱応力のピーク値に加えて、熱応力のピーク温度(熱応力のピーク値の温度)が100~200℃であり、かつ熱応力のピーク値と100℃での熱応力値が下記式を満足することが好ましい。

$0.2 \le S/T \le 0.85$

T:熱応力のピーク値(g/d)

S:100℃での熱応力値(g/d)

通常、製織編された布帛は精練、染色、熱セットという工程を通 り染色布帛となる。加工段階では、通常、まず初めに精練を受ける 。精練温度は特に制限はないが通常、室温~100℃で行われる。 この際に布帛が大きく収縮すると、希望とする大きさの染色布帛を 得ることが困難となるばかりか、風合いが硬くなってしまう。熱セ ットは、通常精練の後、精練の温度よりも高温で行われる。熱セッ トの際に布帛がある程度収縮しないと精練、染色時に布帛に発生し たシワの除去を十分行うことができない。従って熱応力のピーク温 度が100~200℃であり、かつS/Tが上記式を満足すること により、衣料用用途に適した、PTTが本来持つソフトな風合いを 有し、シワの無い布帛を得ることが容易になる。熱応力のピーク温 度が100℃未満では、精練、あるいは引き続いて行われる染色時 に大きく収縮し、熱セット時にほとんど収縮しないために、シワが なく、ソフトな風合いの布帛を得ることが困難となる。また熱応力 のピーク温度が200℃より高いと布帛が堅くなってしまう傾向が 出る場合がある。熱応力のピーク温度は120~200℃であるこ

とがより好ましく、130~180℃であることが更に好ましい。 この温度範囲で熱応力が最大を示すことで、この温度範囲に布帛の セット温度を設定すると、布帛を十分にかつ適切に収縮させること ができる。一方S/Tが 0.2~0.85の範囲では、精練、染色 時の収縮が少なく、熱セット時に十分な収縮をすることができる。 従ってS/Tが0.2~0.85の繊維より得られた布帛は精練、 染色や熱セットという工程を通過した後でもシワがなくかつソフト な風合いを有している。S/Tが 0.85を越えると、精練、染色 時に収縮してしまうため、熱セット時にほとんど収縮せず、得られ る布帛はシワの多いものとなってしまう。S/Tは小さい方が好ま しいが、PTT繊維ではS/Tを0.2より小さくすることは難し い。この理由ははっきり分からないが、PTTではガラス転移点が 100℃以下にあるためではないかと推定される。S/Tは好まし くは0. 25~0. 8、更に好ましくは0. 3~0. 75である。 本発明のポリエステル繊維の強度は、3g/d以上である。3g / d 未満では編物の破裂強度が低下してしまう。好ましくは、 3. 3 g/d以上、更に好ましくは3.5 g/d以上、より好ましくは 3. 7 g/d以上である。また、伸度は20~60%である。PT T繊維では伸度を20%未満にしようとして延伸倍率を上げると毛 羽の発生や糸切れが多発してしまい、安定して製造することができ なくなる。伸度が60%を超えると糸長方向に太さむらが激しくな ったり、沸水収縮率が大きくなったりする。工業的に安定な生産や 後加工を行う場合は伸度が30~55%の範囲内であることが好ま しく、35~50%であることが更に好ましい。

本発明のポリエステル繊維の弾性率Q(g/d)と、20%伸長後、1分間放置後の弾性回復率R(%)が式(1)を満足することが必要である。

0. 18 ≤ Q / R ≤ 0. 45 · · · 式 (1)

Q/R>0. 45では弾性率が高すぎるので、ソフトな風合いが得られないか、あるいは弾性回復性が不足し、一度応力が加わって変形した繊維は元に戻らなくなってしまい、形態安定性の劣る布帛しか得ることができなかったりする。逆に、Q/R<0. 18となる領域は実質存在しないため、本発明においては、0. 18をQ/Rの下限界としている。式(1)の範囲となりうる具体的な弾性率は通常17~30g/d、弾性回復率は70~99%となる。Q/Rは、0. 2~0. 4であることがより好ましい。

本発明のポリエステル繊維では、動的粘弾性測定から求められる 損失正接のピーク温度(以下「Tmax」と略記する)が90~1 20℃であることが必要である。Tmaxは、非晶部分の分子密度 に対応しており、この値が大きくなるほど非晶部分の分子密度が高 くなる。Tmaxが90℃未満では、非晶部分の分子密度が低すぎ て、必要な強度を達成できない。また、Tmaxが120℃よりも 高いと、非晶部分の配向が高すぎて圧縮や屈曲に対して繊維が弱く なり、毛羽が発生しやすくなる他、常圧で濃色に染まりにくくなる 。好ましくは95~115℃であり、更に好ましくは100~11 0℃である。

本発明のポリエステル繊維は、衣料用途に用いられる場合マルチフィラメント糸の形態であることが好ましい。糸の総繊度は限定されないが、通常5~200d、好ましくは、20~150d、単糸繊度は限定されないが0.1~10d、好ましくは0.5~5d、更に好ましくは1~3dである。繊維の断面形状は丸、三角、その他の多角形、扁平、L型、W型、十字型、井型、ドッグボーン型等、制限はなく、中実繊維であっても中空繊維であってもよい。また繊維表面には0.2~3重量%の油剤が付着していてもよい。

本発明の繊維はチーズ状パッケージに巻かれていることが好ましい。近年の後加工工程の近代化・合理化に即応するためには、パッケージのラージ、すなわち大量巻きの可能なチーズ状パッケージで巻かれていることが好ましい。またチーズ状パッケージとすることで、後加工時に糸を解舒する際、解舒張力の変動が小さくなり、安定した後加工が可能となる。

本発明の繊維が巻かれたチーズ状パッケージはバルジ率が10%以下であることが好ましい。図1は糸が望ましい形状に巻かれたチーズ状パッケージ(100)を示し、糸が糸管等の巻芯(103)上に平らな端面(102)を形成した円筒状糸層(104)に巻かれている。バルジは図2に示すように巻締まりによってパッケージ(100)の膨らみのある端面(102a)である。ここで、バルジ率とは図1または図2に示す最内層の巻幅A及び巻糸の厚さでしたとき最内層から1/2Tの厚さでの巻幅Bを測定して、下記式を用いて算出した値である。

バルジ率 = {(B-A)/A} × 1 0 0 %

バルジ率は、巻締まりの程度を示すパラメーターとなる。チーズ 状パッケージのバルジ率が10%を越えるものは巻締まりが大きく 、巻取機のスピンドルからはずれなくなる場合が多い他、解舒張力 の斑による糸切れ、毛羽、染色斑等が起こりやすい。好ましくばい ルジ率は5%以下であり、もちろん0%が最も好ましい。本発明の チーズ状パッケージは、織編工程や仮撚工程においてチーズ状パッケージは、次のチーズ状パッケージにつなぎ込んで使用 するが、このつなぎ込みの頻度を減らすことは作業効率の向上、コ ストダウンの観点から極めて重要である。従ってチーズ状パッケージには1kg以上の本発明の繊維が巻かれていることが好ましく、

更に好ましくは3kg以上、一層好ましくは5kg以上である。チーズ状パッケージに用いる糸管はフェノール樹脂などの樹脂、金属、紙のいずれでできていても良い。紙の場合は5mm以上の厚みであることが好ましい。また糸管の外径は100~300mm、巻幅は100~400mmであることが取扱い性を考慮すると好ましい

本発明のポリエステル繊維を得るためには、延伸(分子の配向)、熱処理(結晶化)、緩和処理(非晶部の配向緩和)を行うことが重要である。PTTはPETに比べ分子が柔かいために、延伸を行った際に非晶部が無理に引き延ばされ緊張した状態となる。延伸の後に結晶化させ構造を固定しようとするが、PTTの非晶部を十分固定することができず、この結果、熱をかけた際に無理に引き延ばされた非晶部が大きく縮み、熱応力、沸水収縮率が高くなってはされた非晶部が大きく縮みであったがはようとして、延伸倍率を下げ、非晶をあまり伸ばされていない状態にすると、繊維の配向度が低下し、強度、弾性回復率が低く、伸度の高い繊維となってしまう。従って非晶の緊張を下げるためには延伸、結晶化の後に緩和処理(リラックス処理)を行うことが重要となる。

本発明のポリエステル繊維を得る方法としては一度巻き取った未延伸繊維を延伸する方法、紡糸-延伸を連続して行うSDTU法などを用いることができるが、SDTU法を用いることがより好ましい。これは、PTTの未延伸糸は室温付近でも微結晶の生成などの構造変化が起こり、延伸時に毛羽、糸切れが発生したりするが、SDTU法では未延伸状態を極わずかの時間しか取らないので延伸前に微結晶の生成がほとんど起こらないからである。また微結晶が存在する状態で延伸を行うと、より非晶の緊張状態が高くなってしまい、熱応力、熱収縮率が高くなってしまう。繊維物性を最適にする

ことや巻締まりの抑制の観点から、繊維の巻取りに先立って高度に リラックスさせる、高リラックスSDTU法を用いて製造されるこ とが特に好ましい。以下に、高リラックスSDTU法を用いる本発 明の製造方法の一例について詳述する。

紡糸機の紡口より押出した溶融マルチフィラメントを紡口直下に設けた30~200℃の雰囲気温度に保持した長さ2~80cmの保温領域を通過させた後、この溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、30~80℃に加熱した周速度300~3500m/minの第一ロールに巻き付け、次に巻取ることなく100~160℃に加熱した第二ロールに巻き付け、第一ロールと第一ロールよりも大きい周速度を有する第二ロールの間で1.3~4倍に延伸した後、第二ロールよりも低速の巻取機を用いて巻き取ることにより得られる。

以下に本発明のPTT繊維の好ましい製造方法を図3及び図4を 用いて詳述する。

まず、乾燥機(1)で100ppm以下の水分率まで乾燥された PTTペレットを250~290℃に設定された押出機(2)に供 給し溶融する。溶融されたPTTは押出機(2)の後の250~2 90℃に設定されたスピンヘッド(4)にベンド(3)を経て送ら れる。その後ギヤポンプで計量され、パック(5)に装着された複 数の孔を有する紡糸口金(6)を経て溶融マルチフィラメントとし て紡糸チャンバー(図示なし)内に押し出される。押出機に供給するPTTペレットの水分率は、ポリマーの重合度低下を抑制すると いう観点から50ppm以下が好ましく、更に好ましくは30pp m以下である。押出機およびスピンヘッドの温度はPTTペレット の極限粘度や形状によって上記範囲内より最適なものを選ぶ必要が あるが、好ましくは255~280℃の範囲である。紡糸温度が2

50℃未満では、発現される強度が低くなる傾向がある。また、紡糸温度が290℃を越えると熱分解が激しくなり、得られた糸は着色し、また満足し得る強度を示さなくなる。

紡糸チャンバー内に押し出された溶融マルチフィラメント(8)は冷却風(9)によって室温まで冷却され、固化したマルチフィラメントに変えられる。この際、紡口直下に設けた30~200℃の雰囲気温度に保持した長さ2~80cmの保温領域(7)を通過させて急激な冷却を抑制した後、この溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変えて続く延伸工程に供することが好ましい。この保温領域を通過させることで固化むらを抑制し、高い巻取速度あるいは第一ロール速度まで固化むら(太さむら)の保温領域の温度が30℃未満では急冷となり固体マルチフィラメントの固化むらが大きくなりやすい。また、200℃以上では糸切れが起こりやすくなる。このような保温領域(7)の温度は40~180℃が好ましく、更に好ましくは50~150℃であり、長さは5~30cmであることが更に好ましい。

次に固体マルチフィラメントは30~80℃に加熱した、周速度300~3500m/minの第一ロール(11)に巻き付けられるが、第一ロールに巻き付ける前に仕上げ剤付与装置(10)によって仕上げ剤を付与されることが好ましい。仕上げ剤が付与されることにより、繊維の集束性、制電性、滑り性などが良好となり延伸時、巻取時や後加工時に毛羽や糸切れが発生することを抑制したり、巻き取ったパッケージのフォームを良好に保つことができる。ここで仕上げ剤とは乳化剤を用いて油剤を乳化した水エマルジョン液、油剤を溶剤に溶かした溶液、あるいは油剤そのものであり、繊維の集束性、制電性、滑り性などを向上させるものである。付与され

る仕上げ剤としてはこれらのいずれか、あるいはこれらの2種以上 の混合物でもよい。ここで油剤とは脂肪酸エステル及び/又は鉱物 油を10~80重量%含むか、または/及び分子量1000~20 000のポリエーテルを50~98重量%含む混合物であり、必要 に応じて成分を選択することが好ましい。油剤を水エマルジョンお よび溶剤に希釈した場合は、油剤が仕上げ剤に対して5~99重量 %含まれていることが好ましく、10~50重量%であることが更 に好ましい。また付与される仕上げ剤は、繊維に対して油剤が 0. 2~3重量%付着されるようにするのが好ましく、0.4~2重量 %であることが更に好ましい。油剤の割合が5重量%未満では、加 熱された第一ロール(11)や第二ロール(12)上で揮発する水 あるいは溶剤の量が多すぎるため、揮発熱のために熱が奪われ繊維 を均一に所定の温度にすることが困難となる。この結果、延伸むら や熱処理むらが起こり、染め斑等が発生してしまう。油剤の割合は 100重量%でもよいが、仕上げ剤の粘性を下げ、繊維に均一に付 着させるためには50重量%以下がより好ましい。また油剤の付着 量が0.2重量%以下では、仕上げ剤が付与される目的である、繊 維の集束性、制電性、滑り性などが悪化してしまい、延伸時、巻取 時や、後加工時に毛羽や糸切れが多発したり、巻き取ったパッケー ジのフォームが悪くなったりしてしまう。油剤の付着量が3重量% を越えると、繊維がべとついて取扱性が悪化したり、紡糸、巻取り の際に用いるガイド類、ロール類に油剤が付着して汚れてしまい、 毛羽や糸切れの原因となってしまう。仕上げ剤の付与方法としては 公知のオイリングロールを用いる方法や例えば特開昭59-116 404号公報などに記載されるガイドノズルを用いる方法を用いる ことができるが、ガイドノズルを用いる方法が好ましい。

第一ロール(11)に巻き付けられたマルチフィラメントは、次

に巻き取ることなく $100\sim160$ $^{\circ}$ に加熱した第二ロール(12) に巻き付け、第一ロール(11)と第一ロールよりも大きい周速度を有する第二ロール(12)の間で $1.3\sim4$ 倍に延伸した後、第二ロール(12)よりも低速の巻取機(13)を用いて巻き取られる。紡糸過程で必要に応じて、交絡処理を行ってもよい。また、紡糸速度 $300\sim3500$ m/minで一度巻き取った未延伸糸を上記の第一ロール(11)、第二ロール(12)を通して巻き取ることもできる。

第一ロール(1 1)の周速度は、300~3500m/minであることが重要である。第一ロール(1 1)の周速度が300m/min未満では、紡糸安定性は優れるが、生産性が大きく低下する。また、3500m/minを越えると、巻き取る前に非晶部の配向や部分的な結晶化が進み、延伸行程で延伸倍率を上げることができないために、分子を配向させることができず、充分な糸強度を発現できにくい。好ましくは、800~300m/minであり、更に好ましくは1200~2500m/minである。

第二ロール(12)の周速度は、延伸倍率によって決定されるが通常600~6000m/minである。第一ロール(11)と第二ロール(12)間での延伸倍率は1.3~4倍、好ましくは1.5~3倍がよい。延伸倍率が1.3倍以下では、延伸により充分にポリマーを配向させることができず、得られた糸の強度や弾性回復率は低いものとなってしまう。また4倍以上では毛羽の発生や糸切れが激しく、安定して延伸を行うことができない。第一ロール(1)の温度は30~80℃であり、この範囲で延伸しやすい状況を作り出すことができる。好ましくは、40~70℃、更に好ましくは45~65℃である。第二ロール(12)の温度としては100~160℃が良い。100℃未満では繊維が十分結晶化しないので、

本発明の目的とする熱応力、沸水収縮率、強度を有した繊維を得ることができない。また、160 ℃を越えると毛羽や糸切れが発生し安定に紡糸することが困難となる。好ましくは、 $120 \sim 150$ ℃である。

巻取機(13)の速度は、第二ロール(12)の周速度よりも小さくすることが高リラックスSDTU法においては特に重要である。PTT繊維を巻取り速度が第二ロール速度と同じあるいはそれ以上であるような紡糸ー延伸を連続で行う方法で製造した場合、繊維を十分リラックスさせることができないために、本発明の目的なする熱応力、沸水収縮率、強度を有した繊維を得ることができないがかか、巻き取られた繊維が収縮し、その収縮力によって糸管が締め付けられるために1kg以下の少巻き量でも巻締まりが発生する。またこのような状況で巻量を増やすと、たとえ強度の大きい糸管を使うことにより巻取り機のスピンドルより取り外すことができたとしても10%以上のバルジ率をもつチーズ状パッケージとなってしまう。

これに対して、巻取機(13)の速度を第二ロール(12)の周速度よりも小さくすることにより、はじめて本発明の目的とする熱応力、沸水収縮率、強度を有した繊維を得ることが可能となり、また得られるパッケージの巻締まりやバルジの発生を抑制することもできる。また繊維の非晶部分の配向緩和を起こさせることにより非晶部分がルーズとなり、染料が入りやすい構造となって染色性が向上する。リラックス比(巻取り速度/第二ロールの周速度)は0.8~0.99が好ましく、より好ましくは0.83~0.99、更に好ましくは0.85~0.95である。このような大きなリラックス比となることはPTT繊維をSDTU法で製造する際の大きな特徴である。これはPTT繊維の弾性率が低いため、巻取張力の

ような小さい張力でも大きく伸ばされるからである。 PET繊維のような弾性率の高い繊維にこのような高リラックス比を適用すると、第二ロールと巻取り機の間でたるんでしまって巻き取ることができないか、たとえ巻き取ることができてもチーズ状パッケージに巻崩れが発生してしまう。

しかしながら、このような大きなリラックス比を適用しても、巻 量を2kgより多くすると巻締まりが生じる場合がある。この場合 、樹脂、金属あるいは肉厚の紙製などの強度の高い糸管を用いて巻 締まりによる糸管の変形を防止すれば、巻取機のスピンドルから容 易に取り外すことができる。また巻量を、例えば2kg以下の少な い量にして巻き取ることも巻締まりを抑制する有効な方法となる。 より確実に巻締まりを抑制するためには、巻き取る前にマルチフィ ラメントを(ポリマーのガラス転移点+20) ℃以下に冷却するこ とが特に好ましい。PTTは例えばPETと比較して分子が屈曲構 造をしているために比較的低温でも動きやすく、巻き取られている 間も熱によって収縮しやすく、巻締まりが極めて起こりやすい。そ こでこのような冷却を施すことで、分子運動を抑制することが可能 となり、その結果巻締まりを抑制することができる。冷却後の糸温 度は低ければ低いほど良いが、通常10~70℃、好ましくは0~ 50℃である。糸の冷却方法としては、冷風を吹き付けたり、水、 有機溶媒等の冷却液に浸けたり、低温の板やロール上を滑らせたり する等の方法を用いることができるが、図4を参照して後に述べる 、第三ロール(14)を用いる方法が最も好ましい。このような方 法では2kg以上、好ましくは5kg以上の巻量とすることも可能 である。

第二ロール (12) と巻取機 (13) の間の張力は 0.05~0.4g/dが好ましく、更に好ましくは 0.07~0.25g/d

である。張力が 0.05 g/d未満では張力が小さすぎるために巻取機の綾振りガイドでの綾振りが良好にできず、巻フォームが悪くなってしまう。0.4 g/d以上ではたとえ繊維を冷却して巻き取ったとしても巻締まりがしばしば発生する。

巻締まりをより効率的に抑制するためには図4に示すように、第 二ロール(12)に次いで、第三ロール(14)にマルチフィラメ ントを巻き付け、その後巻取機を用いて巻き取ることも好ましい紡 糸方法である。この場合、第三ロール(14)上で繊維を冷却する とともに、第二ロール(12)と第三ロール(14)の間及び/又 は第三ロール(14)と巻取機(13)の間で繊維をリラックスさ せることができる。この場合のリラックス比(第三ロールの周速度 /第二ロールの周速度又は巻取り速度/第三ロールの周速度)は0 . 8~0. 999が好ましく、より好ましくは0. 82~0. 99 、更に好ましくは0.85~0.95である。巻締まりを抑制する ためには、第三ロール(14)と第二ロール(12)の間でリラッ クスさせることがより好ましい。第三ロール(14)の温度は(ポ リマーのガラス転移点+20)℃以下に冷却することが特に好まし く、通常10~70℃、好ましくは0~50℃である。第三ロール (13) と巻取機(13) の間の張力は0.05~0.4g/dが 好ましく、更に好ましくは0.07~0.25g/dである。巻取 速度は、張力が好ましい範囲になるように調整するのが好ましい。

こうして得られた本発明のポリエステル繊維は、布帛の全部あるいは一部に用いることにより、ソフト性、ストレッチ性、発色性に優れた布帛となり、インナー、アウター、スポーツ、裏地、レッグ等の衣料に用いることができる。

本発明のポリエステル繊維が一部または全部に用いられている布 帛とは、タフタ、ツイル、サテン、デシン、パレス、ジョーゼット

などの織物、平編、ゴム編、両面編、シングルトリコット編、ハーフトリコット編などの編物、不織布等を示し、生糸、燃糸、加工糸など繊維の形態等については特に制限はない。もちろん常法の精練、染色、熱セット等の加工を受けてもよく、衣料品として経製されている布帛とは、本発明のポリエステル繊維と本発明とは異なる合成、独に学繊維、天然繊維など、例えばセルロース繊維、ウール、網、ストレッチ繊維など、例えばセルロース繊維、フール、組織、ストレッチ繊維、アセテート繊維がら選ばれた少なくとも1種類の繊維を用いたことを特徴とする混用布帛である。これらの混用布帛において、本発明のポリエステル繊維の形態、混用方法については、、本発明のポリエステル繊維の形態、混用方法については、、大田のはなく、公知の方法を用いる交織織物、リバーシブル織物等の織物、トリコット、ラッセル等の編物などが挙げられ、その他交燃、合糸、交絡を施してもよい。

混用布帛に用いられるセルロース繊維としては、特に制限されるものではなく、綿、麻等の天然繊維、銅アンモニアレーヨン、レーヨン、ポリノジック等が挙げられる。混用布帛においてポリエステル繊維の含有率については特に制限はないが、セルロース繊維の風合い、吸湿性、吸水性、制電性を生かすためには、25~75%が好ましい。

混用布帛に用いられるウール、絹は既存のものがそのまま使用できる。混用布帛においてポリエステル繊維の含有率については特に制限はないが、ウールの風合い、暖かみ、かさ高さ、また、絹の風合い、きしみ音を生かすためには、25~75%が好ましい。

混用布帛に用いられるストレッチ繊維は、特に限定されるものではなく、乾式紡糸または溶融紡糸されたポリウレタン繊維、ポリブチレンテレフタレート繊維やポリテトラメチレングリコール共重合

ポリブチレンテレフタレート繊維に代表されるポリエステル系弾性 糸等が挙げられる。ストレッチ繊維を用いる混用布帛において、ポ リエステル繊維の含有率は60~98%程度が好ましい。ポリエス テル繊維の含有率が70%を越える場合には、伸縮特性が抑えられ るので、アウター、カジュアルウエアー用途等に用いることができ る。また、70%未満の場合には、その伸縮特性のためにインナー ウエアー、ファンデーション、水着用途等に用いることができる。

混用布帛に用いられるアセテート繊維は、ジアセテート繊維でもトリアセテート繊維でもよい。アセテート繊維の染色にもポリエステル繊維と同様に分散染料を用いるが、本発明のポリエステル繊維と混用することにより、110℃以下の温度で染色が可能となるので、風合いがよく、染色コストの安い加工が達成できる。より熱安定性に乏しいジアセテート繊維を混用する場合、染色温度を下げることができるという本発明の効果を充分に活かすことができる。混用布帛においてポリエステル繊維の含有率については特に制限はないが、アセテート繊維の風合い、鮮明性、光沢を生かすためには、25~75%が好ましい。

本発明の布帛は、混用布帛も含め、染色されていてもよく、例えば製編織後、常法により精練、プレセット、染色、ファイナルセットの過程を経て染色することが好ましい。また、必要に応じて、精 練後、染色前に常法によりアルカリ減量処理するのも好ましい。

(.

精練は40~98℃の温度範囲で行うことが好ましい。特にストレッチ繊維との混用の場合には、布帛をリラックスさせながら精練することが弾性を向上させるのでより好ましい。

染色前後の熱セットは一方あるいは両方共省略することも可能であるが、布帛の形態安定性、染色性を向上させるためには両方行うことが好ましい。熱セットの温度としては、120~190℃、好

ましくは140~180℃であり、熱セット時間としては10秒~ 5分、好ましくは、20秒~3分である。

染色はキャリアーを用いることなく、70~150℃の温度にて行なうことができる。好ましくは、90~130℃、特に好ましくは90~110℃の温度で染色するのがよい。染色時間としては20~300分で行うのが良く、好ましくは30~120分である。 染色を均質に行うために、酢酸や水酸化ナトリウム等を用いて染料に応じたpHに調整すると同時に、界面活性剤から構成された分散剤を使用することは特に好ましい。

染色後は公知の方法によりソーピングまたは還元洗浄を行うことが好ましい。これらの方法は公知の方法でよく、例えば、炭酸ナトリウムや水酸化ナトリウム等のアルカリ水溶液中で、ハイドロサルファイトナトリウム等の還元剤を用いて処理することができる。

発明の最良の実施形態

以下、実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明は 実施例などにより何ら限定されるものでない。実施例及び比較例に おける繊維の製造条件及び得られた繊維の諸物性は、表1及び表2 にそれぞれぞれ示す。

なお、実施例中の主な測定値は以下の方法で測定した。

(1) 極限粘度

極限粘度 [n] は、オストワルド粘度計を用い、35℃、0-クロロフェノールを用いて、比粘度 n s p と濃度 C (g/100ミリリットル)の比n s p/Cを濃度ゼロに外挿し、以下の式に従って求めた。

$$[\eta] = 1 \text{ i m } (\eta \text{ s p/c})$$

$$C \to 0$$

(2) 損失正接

オリエンテック社製レオバイブロンを用い、乾燥空気中、測定周波数 $1 \ 1 \ 0 \ Hz$ 、昇温速度 $5 \ {\mathbb C}/{\mathcal H}$ にて、各温度における損失正接($t \ a \ n \ \delta$)、および動的弾性率を測定した。その結果から、損失正接-温度曲線を求め、この曲線上で損失正接のピーク温度である $T \ max \ ({\mathbb C})$ を求めた。

(3) 沸水収縮率

JIS-L-1013に基づき、かせ収縮率として求めた。

(4)強度(繊維破断強度)、伸度(繊維破断伸度)、弾性率(初期引張抵抗度)

JIS-L-1013に基づいて定速伸長形引張試験機であるオリエンテック(株)社製のテンシロンを用いて、つかみ間隔20cm、引張速度20cm/minにて測定した。

(5) 弹性回復率

繊維をチャック間距離20cmで定速度伸長形の引っ張り試験機に取り付け、伸長率20%まで引っ張り速度20cm/minで伸長し1分間放置する。この後、再び同じ速度で収縮させ、応力一歪み曲線を描く。収縮中、応力がゼロになった時の伸度を残留伸度(La)とする。弾性回復率は以下の式に従って求めた。

弹性回復率= (20-La)/20×100(%)

(6) 熱応力

鐘紡エンジニアリング社製のKE-2を用いた。初荷重0.05 g/d、昇温速度100℃/minで測定した。得られたデーター は横軸に温度、縦軸に熱応力をプロットし温度-熱応力曲線を描く 。熱応力の最大点の値を熱応力のピーク値、その時の温度を熱応力 のピーク温度とした。また100℃での熱応力の値を読みとった。 (7) バルジ率

図1または2に示す糸層(104)の最内層の巻幅A及び、巻糸の厚さをTとしたとき、最内層から1/2Tの厚さでの巻幅Bを測定して、以下の式に従って算出した。

バルジ率= [(B-A)/A]×100%

(8)油剤付着量

JIS-L-1013に基づき、繊維をジエチルエーテルで抽出した時のジエチルエーテル抽出分として求めた。

実施例1

テレフタル酸ジメチルと1、3 ープロパンジオールを1:2のモル比で仕込み、テレフタル酸ジメチルの0.1重量%に相当するチタンテトラブトキシドを加え、常圧下、ヒーター温度240℃でエステル交換反応を完結させた。次にチタンテトラブトキシドを更に理論ポリマー量の0.1重量%添加し、270℃で3時間反応させた。得られたポリマーの極限粘度は1.0であった。

得られたポリマーを定法により乾燥し、水分を 5 0 p p mにした後、2 8 5 ℃で溶融させ、直径 0 . 2 3 m m の 3 6 個の孔の開いた一重配列の紡口を通して押し出した。押し出された溶融マルチフィラメントは、長さ 5 c m、温度 1 0 0 ℃の保温領域を通過後、風速 0 . 4 m / m i n の風を当てて急冷し固体マルチフィラメントに変えた。次にステアリル酸オクチル 6 0 重量%、ポリオキシエチレンアルキルエーテル 1 5 重量%、リン酸カリウム 3 重量%を含んだ油剤を濃度 1 0 重量%の水エマルジョン仕上げ剤として、繊維に対して油剤付着量が 1 重量%となるように付着させた後、固体マルチフィラメントを 6 0 ℃に加熱した周速度 2 1 0 0 m / m i n の第一ロール(1 1)と 1 3 3 ℃に加熱した、周速度 4 3 0 0 m / m i n の第二ロール(1 2)間を通して、熱延伸と熱セットを行い、その後4 1 8 0 m / m i n でフェノール樹脂製外径 1 1 0 m m ø、長さ 3

5 0 m m の糸管に、巻幅 3 0 0 m m で巻取(1 3)って、1 k g のチーズ状パッケージを得た。得られる繊維の繊度は7 5 d / 3 6 f に設定した。

得られた繊維の物性を表 2 に示す。得られた繊維は本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また得られたチーズ状パッケージのバルジ率は本発明の範囲内であった。

実施例2~4

実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で75d/36 fの繊維を得た。得られた繊維物性を表2に示す。いずれの繊維も本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また得られたチーズ状パッケージのバルジ率は本発明の範囲内であった。

実施例5

実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で厚さ7mmの紙製外径110mmφ、長さ350mmの糸管に、巻幅300mmで1.5kg巻き取って、75d/36fの繊維の巻かれたチーズ状パッケージを得た。得られた繊維物性を表2に示す。いずれの繊維も本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また巻取ったチーズ状パッケージは、巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。

実施例6

テレフタル酸ジメチルと1、3-プロパンジオールを1:2のモル比で仕込み、酢酸カルシウムと酢酸コバルト4水和塩の7:1混合物をテレフタル酸ジメチルに対して0.1重量%加えて、常圧下、ヒーター温度240℃でエステル交換した。次に、テレフタル酸

ジメチルに対して 0. 1 重量%のチタンテトラブトキシド、 0. 0 5 重量%のトリメチルホスフェートを加え、 2 7 0 ℃、 0. 2 t o r r で 3 時間反応させた。得られたポリマーの極限粘度は 0. 7 で あった。

得られたポリマーを定法により乾燥し、水分を40ppmにした 後、275℃で溶融させ、直径0.23mmの36個の孔の開いた 一重配列の紡口を通して押し出した。押し出された溶融マルチフィ ラメントは、長さ2 cm、温度60℃の保温領域を通過後、風速0 . 35 m/minの風を当てて急冷し固体マルチフィラメントに変 えた。次に実施例1と同じ油剤を濃度10重量%の水エマルジョン 仕上げ剤として、繊維に対して油剤付着量が1重量%となるように 付着させた後、この固体マルチフィラメントを50℃に加熱した、 周速度 1 1 2 5 m/m i nの第一ロールと 1 4 0 ℃に加熱した、周 速度3600m/minの第二ロール間を通して、熱延伸と熱セッ トを行い、その後3300m/minでフェノール樹脂製の外径1 1 0 m m φ、長さ 3 5 0 m m の 糸管 に 巻幅 3 0 0 m m で 巻取り、 1 kgのチーズ状パッケージを得た。得られた繊維の繊度は、75d / 3 6 fに設定した。得られた繊維の物性を表 2 に示す。得られた 繊維は本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛 羽の発生は認められなかった。また得られたチーズ状パッケージの バルジ率は本発明の範囲内であった。

実施例7~9

実施例 6 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で 7 5 d / 3 6 f の繊維を得た。得られた繊維物性を表 2 に記す。いずれの繊維も本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また得られたチーズ状パッケージのバルジ率は本発明の範囲内であった。

実施例10

実施例 6 のポリマーを用いて、表 1 に示した条件で 7 5 d / 3 6 f の繊維を、厚さ 7 m m の紙製の外径 1 1 0 m m ø、長さ 3 5 0 m m の糸管に、巻幅 3 0 0 m m で 1 . 5 k g 巻き取って、チーズ状パッケージを得た。得られた繊維物性を表 2 に記す。得られた繊維は、本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また巻取ったチーズ状パッケージは、巻取機のスピンドルより容易に抜きとることができ、バルジ率が小さいものであった。

実施例11、12

実施例 6 と同様にして得た極限粘度 0 . 9 3 、ガラス転移点が 5 1 ℃のポリマーを用いて、第二ロールと巻取機の間に設置した第三ロールを用いて、表 1 に示した条件で 7 5 d / 3 6 f の繊維を、厚さ 7 mmの紙製の外径 1 1 0 mm ø、長さ 3 5 0 mmの糸管に、巻幅 3 0 0 mmで 5 k g 巻き取って、チーズ状パッケージを得た。 得られた繊維物性を表 2 に記す。 得られた繊維は、本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。巻取ったチーズ状パッケージは、巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も非常に小さく、巻締まりのない繊維であった

実施例13

5ーナトリウムスルホイソフタル酸を2モル%共重合したPTT (極限粘度0.7)を用いた以外は実施例6と同様にして得た極限粘度1.0のポリマーを用いて表1に示した条件で75d/36fの繊維を得た。得られた繊維物性を表2に示す。いずれの繊維も本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。また得られたチーズ状パッケージのバルジ率

は本発明の範囲内であった。

比較例1~6

実施例1のポリマーを用いて、表1に示した条件で75 d/36 fの繊維を厚さ7mmの紙製の外径110mmφ、長さ350mmの糸管に、巻幅300mmで巻き取って、チーズ状パッケージを得ようとした。得られた繊維物性を表2に示す。比較例2、3、5はいずれも糸切れが激しく、繊維を巻取ることができなかった。比較例1、4、6はいずれも0.5kg巻取った状態で糸管が巻取機のスピンドルより抜けなかった。また得られた繊維はいずれも本発明の範囲をはずれるものであった。

また、比較例1の条件で5kg巻取ったチーズ状パッケージのバルジ率は、15%であった。

比較例7

実施例 1 1 のポリマーを用いて、表 1 に示す条件で 7 5 d / 3 6 f の繊維を厚さ 7 m m の紙製の外径 1 1 0 m m ø、長さ 3 5 0 m m の糸管に、巻幅 3 0 0 m m で巻取って、チーズ状パッケージを得ようとした。しかし 0 . 5 k g 巻き取った状態で、糸管が巻取機のスピンドルより抜けなかった。また得られた繊維は本発明の範囲をはずれるものであった。

また、5 k g巻き取ったチーズ状パッケージのバルジ率は、16%であった。

比較例8

比較例1のポリマーを定法により乾燥し、水分を40ppmにした後、285℃で溶融させ、直径0.23mmの36個の孔の開いた一重配列の紡口を通して押し出した。押し出された溶融マルチフィラメントは、長さ8cm、温度60℃の保温領域を通過後、風速0.35m/minの風を当てて急冷し、実施例1と同じ油剤を濃

このような紡糸と延伸を連続して行わない方法を用いた紡糸では 熱応力のピーク値が高くなる。

比較例9

実施例11のポリマーを定法により乾燥し、水分を40ppmにした後、265℃で溶融させ、直径0.23mmの36個の孔の開いた一重配列の紡口を通して押し出した。押し出された溶融マルチフィラメントは、長さ2cm、温度60℃の保温領域を通過後、風速0.35m/minの風を当てて急冷し、実施例1と同じ油剤を濃度10重量%の水エマルジョン仕上げ剤として、繊維に対して、剤付着量が1重量%となるように付着させた後、未延伸糸を1600m/minにて巻き取った。得られた未延伸糸を直ちに55℃の余熱ロールを通し、その後190℃のホットプレートを通して延伸倍率2.3倍で延伸を行い、75d/36fの繊維を得た。得られた糸の物性を表2に示す。高温で熱処理を行っても熱応力のピーク値は高くなる傾向にある。

比較例10

ホットプレート温度を140℃、延伸倍率を1.6倍にした以外 は比較例9と同様な方法で繊維を得た。得られた繊維物性を表2に 記す。得られた繊維の物性を表2に示す。延伸倍率を下げて、熱応 力のピーク値を本発明の範囲となるようにすると、伸度が本発明の 範囲をはずれてしまった。また得られた繊維は、糸長方向の太さむ

らが大きいものであった。

比較例11

実施例11のポリマーを定法により乾燥し、水分を40ppmにした後、265℃で溶融させ、直径0.23mmの36個の孔の開いた一重配列の紡口を通して押し出した。押し出された溶融マルチフィラメントは、長さ2cm、温度60℃の保温領域を通過後、風速0.35m/minの風を当てて急冷し、実施例1と同じ油剤を濃度10重量%の水エマルジョン仕上げ剤として、繊維に対して油剤付着量が1重量%となるように付着させた後、4000m/minにて厚さ7mmの紙製の外径110mmΦ、長さ350mmの糸管に、巻幅300mmで巻き取った。得られた繊維物性を表2に示す。巻き絞りは見られず、また得られた繊維の熱応力のピーク温度は本発明の範囲となったが、沸水収縮率は高くなってしまった。

実施例14

一方、比較例7~9の繊維を用いて同様の布帛を調製したところ、いずれも加工段階で巾の縮みが大きく、セット条件、巾入れ条件の選定がうまくいかず、縮みによって風合いが硬いものになった。また、発色性を比較したところ、比較例7~9の繊維を用いた方が

明らかに薄くしか染まっておらず、安っぽい感じを受けた。 比較例12

比較例10、11の繊維を用いて、実施例14と同様な方法にて布帛を得た。比較例10の繊維より得られた布帛は、染め斑の大きいものであった。また比較例11の繊維より得られた布帛は、精練の際に大きく縮んだために、ごわごわした風合いとなってしまった

実施例15

実施例 6 のポリエステル繊維と 2 1 0 デニールのポリウレタン系ストレッチ繊維ロイカ(旭化成工業製)を用いて経編地を作成した。この場合、ゲージは 2 8 G、ループ長はポリエステル繊維が 1 0 8 0 m m / 4 8 0 コース、ストレッチ繊維が 1 1 2 m m / 4 8 0 コースとし、打ち込み密度を 9 0 コース/インチとした。また、ポリエステル繊維の混率は 7 5 . 5 %に設定した。

得られた生機を90 °C、2 分間リラックス精練し、160 °C、1 分間乾熱セットを施した。ダイアニックスブラックBG-FS(ダイスタージャパン社製)を8% o w f、分散剤であるニッカサンソルト1200 (日華化学社製)を0.5g / リットルの存在下、酢酸でp Hを6 に調整して、浴比1:30 で95 °C、60 分間染色を行った。

得られた布帛は、深みのある黒色を示し、ソフトでストレッチ感に富み、張り、腰がある風合いを示した。

実施例16

実施例 6 と同様にして得た 7 5 d / 3 6 f のポリエステル繊維を経糸、緯糸に 7 5 d / 4 4 f の銅アンモニアレーヨンを用いて、平織物を作成した。この平織物を常法により精練、マーセル化した。マーセル化加工は常温下、 7 5 %の水酸化ナトリウム水溶液に浸し

て行った。中和、水洗、180℃、30秒のプレセット後、キャリヤーを用いずに分散染料と反応染料による一段一浴染色を行った。分散染料としてはカヤロンポリエステルブルーBRSF(日本化薬社製)、反応染料としてはドリマレンブルーX-SGN(サンド社製)を用いた。分散剤はディスパーTL(明成化学社製)を1g/L使用し、硫酸ナトリウム50g/Lと炭酸ナトリウム15g/Lを加え、pHを11に調整した水溶液に染料を加えて染液とした。濃度2%owf、浴比1:50で95℃、1時間染色を行った。染色後、グランアップP(三洋化成社製)1g/L、浴比1:50で80℃、10分間ソーピングした。染色後、常法により仕上げを行った。

得られた染色物は均一に染色されており、風合いもソフトで、ドライ感があり、従来の織物では見られない良好な風合いであった。

| | - <u>-</u> : | 47,197 | 되 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | ı | 1.0 | 0 | 1 | | 1 | 1 | l | 1 | | 1 | 1 | | 1 | | ' | | | | |
|--------|--------------|---|----------|---------------------------------------|------|-------|------|---------|------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------|-------|-------|---------|---------|----------|--|----------|
| | 15,01 | 놰 | | 0.97 | 0.97 | | 0.96 | 0.93 | 0.92 | 0.93 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.93 | | 00 | 00. | | 0.87 | 0.87 | 0.95 | 0 92 | | 00 | <u>}</u> ' | | | ! | - | | 割速度 | |
| # | 一 世 一 | 品容 | | 2.05 | 2.00 | | 2.00 | 2.50 | 3.20 | 2.50 | 2.68 | 2.61 | 2.68 | 9 50 | 2 62 | 3 6 | 2. 20 | 7.00 | 2. 68 | 2.68 | 2.68 | 130 | 1.00 | 1. 75 | 7:17 | | i | 1 | 1 | | 第二ロール周速度 | |
| な製造条 | 巻取 | 速度 | m/min | 4180 | 3880 | 2130 | 3840 | 4300 | 3300 | 4300 | 4300 | 4300 | 4300 | 1300 | 0000 | 2020 | 3100 | 4000 | 4300 | 4300 | 4700 | 1800 | 3850 | 4900 | 4500 | | | , | 4000 | 日上に田油町 | $\theta /$ | |
| 8 ₩ | 74-1/ | 第三 | m/min | ļ | 1 | | 1 | 1 | 1 | | 1 | | | ABOO | 4000 | 3000 | 1 | ł | 1 | l | 1 | | | | - | 1 | ; | ı | ı | 1 | | . |
| ける繊維 | ール周速度 | 11) | m/min | 4300 | 4000 | 2210 | 4000 | 4600 | 3600 | 4600 | 4960 | 4960 | AOE | 4300 | 4000 | 3300 | 3520 | 4000 | 4960 | 1960 | 4060 | 4300 | 0070 | 2000 | 4300 | 1 | 1 | 1 | 1 | 一、土土 | り 成 文 () () | } ` |
| 風にお | | 無 | m/min | 2100 | 0002 | 001 | 2000 | 1840 | 1195 | 1840 | 1850 | 1000 | 1050 | DC01 | 1840 | 0¢11 | 1600 | 2000 | 1850 | 1850 | 0001 | 0001 | 4000 | 2007 | 0062 | 1 | 1 | 1 | | # ## | ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ | |
| 7. 比較 | | 1 | ړ |) | ı | 1 | | | ı | | 1 | | | 1 6 | 07. | 97 | ١ | | 1 | | | | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | | | ックス比したニュッ | |
| 的阿斯斯斯 | によった。 | 無 | ی | 199 | 130 | 27 | 138 | 140 | 140 | 140 | 120 | 100 | 001 | 07.1 | 140 | 140 | 145 | 133 | 140 | 27. | 140 | 2 | 140 | 140 | 140 | - | i | ! - | ! | | ってっ | コ |
| _ | - | 現 | ۶ | 2 8 | 8 12 | 3 6 | 3 6 | 2 6 | 200 | 3 1 | 20 1 | S L | 2 | 22 | 22 | 22 | 9 | 8 | 3 4 | 3 8 | 200 | ਨ | 83 | 8 | 22 | ! | 1 | ı | | <u> </u> | | |
| ₩ | 石油和 | 五百五五百五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五五 | 育な | ٤ | 301 | 3 5 | 201 | 001 | 200 | 8 5 | 200 | 20 5 | 00 | 09 | 30 | 09 | 70 | 2 2 | 3 5 | 3 6 | 3 | 99 | 09 | なし | 110 | 09 | 909 | 9 | 3 8 | ρρ | | |
| | 14 | 到 # 安 # | NA NA | \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ | 0 · |). I | 0 - |). 0 | O. 0 | 0.5 | 0.0 | | 0.70 | 0.70 | 0.9 | 0.93 | | 3 8 | S). | 3 | I. 00 | I. 00 | 1.00 | 1.00 | 0.93 | | | | | 0.93 | ! | |
| | | | | | | 美施例 2 | | 来施约4 | 米隔回り | 来施例 6 | 実施例? | 実施例 8 | 実施例 9 | 実施例10 | 実施例11 | 宝饰例19 | A.特色13 | 米/を17.0 | 九数约 1 | 比較例 2 | 比較例3 | 比較例4 | 比較例 5 | 比較例 6 | 上較例7 | 子数を多く | 14750 | 10数700 | 12数2010 | 比較例11 | | |

3 5

| バルジ | · [M | % | 6 | ∞ | 9 | ∞ | 9 | - | | 2 | 65 | 2 | 2 | - C | .1 1 | 15 | 1 | | 1 | , | , | 16 | 2 1 | | 1 | 1 | | |
|---------------------------------------|--|-----|------|-------|------|------|------|------|-------------|------|------|-------|-------|---------|-------|-------|-------|---------------|-----------------|-------|------|-------|----------|-------|------|-------|----------|---|
| Ę- | | ပ | = | 28 | 107 | 101 | 109 | 119 | 113 | 13 | 011 | = | 100 | 108 | 103 | 119 | 1 | l | 100 | 103 | 113 | 100 | 114 | 107 | 108 | 8 8 | 20 | |
| 0/8 | | | 96 0 | | - 1 | | | 0.60 | 0.23 | 0.26 | 30 | 0.00 | | 0.50 | 200 | | | | | 0. 23 | 06 | 0.00 | | | | | | (T) |
| | T/S | | 0 77 | | | 0.75 | -1 | | 0. 04 76 | 200 | 0.29 | 0.00 | 2.00 | | | | | | | 0.92 | , , | O. C. | 0.00 | 90.00 | 0.00 | 0.0 | 0.0 | ク値(|
| 4 | 100 ℃値 | | 8/8 | 77.7 | | | 0.10 | 0.00 | 01.0 | 0.63 | 20.0 | | | - 1 | | CI .0 | • 1 | 1 | | 0.33 | 1 | 0.32 | 07.0 | 0.40 | 0.01 | - 1 | 0.08 | 熱応力のピーク値 (R) |
| # # # # # # # # # # # # # # # # # # # | 2017年10日 10日 10日 10日 10日 10日 10日 10日 10日 10日 | إ | ١ | 201 | 8 9 | 601 | 201 | 60 1 | 3 | 001 | 287 | 001 | 5 1 | 조] : | | 101 |)CT | 1 | 1 | 134 | 1 | 126 | 172 | 011 | 2 | 140 | <u>.</u> | 熱応力値 (S)/ 回復释(|
| ベラジ階 | - | 門 | | | | | | | % % % | | -16 | 27.0 | C: 7: | 0.34 | 0.52 | | U. 38 | 1 | 1 | 0.36 | , | 0.36 | 0.39 | 0.46 | 0.36 | | | 100 ℃から 100 ~ 100 |
| 帯びに | 部关言征述 | 大語等 | ۶۲: | 2 | | 2) | 22 | 13 | 12 | 12 | 7.7 | 7.1 | 2 | 133 | | | CI | ı | 1 | 17 | ı | 17 | <u> </u> | 14 | 71 | | 24 | で値 : 100°Cで 弾性率 (|
| 維の物質 | 神在 | 回復全 | 36 | 88 | 8 | ŝ | 88 | 83 | 77 | ∞ | | 11 | 23 | 83 | 28 | [| 84 | | | 72 | | 80 | 81 | 88 | 92 | 65 | 22 | ට <u>100</u> : : |
| 例及び比較例の繊維の物性並びにバルジ率 | 彈性率 | , | g/d | 23 | 24 | 23 | 22 | 24 | 18 | 20 | 20 | 21 | 21 | 21 | 21 | 22 | | - | f or | 21 | ifo. | | 18 | 27 | 28 | 24 | ಜ | 数 5 7 7 8 8 7 8 8 |
| 例及び比 | 伸度 | | % | 25 | 22 | 똤 | 27 | 31 | 39 | 36 | 40 | 40 | 42 | 32 | 43 | 35 | | 取りで | 取りでき | 42 | 取りでき | 35 | 36 | 23 | 37 | 65 | 61 | |
| 表2 実施 | 3# | | b/g | 4.5 | 4.3 | 3.6 | 4.2 | 4.2 | 3.6 | 3.9 | 4.0 | 4.0 | 4.3 | 4.0 | .4.1 | 3.2 | 4.0 | 撇 | 兼 | 3.8 | | 3.2 | 3.83 | | 4.0 | 33 | 6. | , |
| 张 | 1 | 張力 | b/g | 0.37 | 0.35 | 0.23 | 0.36 | 0.30 | | 0.38 | 0.15 | 0.16 | 0.18 | 0.31 | 0.09 | | 0.56 | | | 0.50 | | 0.49 | 0.56 | | 1 | 1 | 1 | |
| | | | | 実施例 1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | | | 実施例7 | 実施例8 | 実施例 9 | 事格例10 | 平格極!! | 州特極12 | 実施例13 | 比較例 1 | 上数例2 | | | | 子校をある | 比較例了 | 比較例8 | 上較例9 | 上楼屋10 | 17代を17 | 104X/111 |

3 6

産業上の利用可能性

本発明のポリエステル繊維は、精練、染色、熱セット等の後加工工程の熱で過度に収縮して繊編物製品が硬くなることがなく、本来のポリトリメチレンテレフタレート繊維の低弾性率から期待されるソフトな風合いや優れた発色性が発現されたポリエステル繊維である。したがって、本発明のポリエステル繊維は、インナー、アウター、スポーツ、裏地、レッグ、水着などの衣料用途の繊維製品用に好適な繊維素材であり、加えてカーペット、芯地、パイル、フロッキー、ガット、不織布などの資材用途の繊維素材としても適している。また本発明のPTT系ポリエステル繊維が紡糸と延伸を連続して製造されるとき、巻締まりが極めて少ない、形態が良好で巻きの多い品質の高いチーズ状パッケージで生産することができる。

請求の範囲

- 1. 90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、熱応力のピーク値が0.1~0.35g/d、沸水収縮率5~16%、強度3g/d以上、伸度20~60%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90~120℃であることを特徴とするポリエステル繊維。
 - $0.18 \le Q/R \le 0.45$ · · · · 式(1)
- 2. 熱応力のピーク値が 0. 1 ~ 0. 25 g / d、伸度が 35 ~ 50% であることを特徴とする請求の範囲 1記載のポリエステル繊維。
- 3.90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、熱応力のピーク値が0.1~0.35g/d、沸水収縮率5~16%、強度3g/d以上、伸度20~60%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90~120℃である繊維であり、しかも該繊維がチーズ状パッケージに巻かれていることを特徴とするポリエステル繊維。
 - $0.18 \le Q/R \le 0.45$ · · · · 式(1)
- 4. 熱応力のピーク値が 0. 1~0. 25g/d、伸度が 35~50%であることを特徴とする請求の範囲 3記載のポリエステル繊維。
- 5. 90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、熱応力のピーク値が0.1~0.35g/d、沸水収縮率5~16%、強度3g/d以上、伸度20~60%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正

接のピーク温度が90~120℃である繊維が巻き付けられ、バルジ率が10%以下であることを特徴とするチーズ状パッケージ。

- 0. 18 ≤ Q / R ≤ 0. 4.5 ····式(1)
- 6. 熱応力のピーク値が 0. 1 ~ 0. 25g/d、伸度が 35~50%であることを特徴とする請求の範囲 5記載のチーズ状パッケージ。
- 7. 90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、沸水収縮率が $5\sim1$ 6%、強度3g/d以上、伸度20 ~6 0%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90 ~1 20 \sim 、熱応力のピーク温度が100 \sim 200 \sim であり、熱応力のピーク値が0. 1 \sim 0. 35g/d、熱応力のピーク値と100 \sim での熱応力値が下記式(2)を満足することを特徴とするポリエステル繊維。
 - $0.18 \le Q/R \le 0.45$ · · · · 式(1)
 - 0. 2 ≤ S / T ≤ 0. 8 5 ····· 式 (2)

T:熱応力のピーク値(g/d)

S:100℃での熱応力値(g/d)

- 8. 熱応力のピーク値が 0. 1~0. 25g/d、伸度が 35~50%であることを特徴とする請求の範囲 7記載のポリエステル繊維。
- 9.90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、沸水収縮率が5~16%、強度3g/d以上、伸度20~60%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90~120℃、熱応力のピーク温度が100~200℃であり、熱応力のピーク値が0.1~0.35g/d、熱応力のピーク値と100℃での熱応力値が下記式(2)を満足する繊維であり、しかも該繊維がチーズ状パッケ

- ージに巻かれていることを特徴とするポリエステル繊維。
 - 0. 18 ≤ Q / R ≤ 0. 45 ····式 (1)
 - $0.2 \le S / T \le 0.85$ · · · · · 式 (2)

T:熱応力のピーク値(g/d)

S:100℃での熱応力値(g/d)

- 10. 熱応力のピーク値が0. 1~0. 25g/d、伸度が35~50%であることを特徴とする請求の範囲9記載のポリエステル繊維。
- 11.90 重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、沸水収縮率が $5\sim16\%$ 、強度3 g/d以上、伸度 $20\sim60\%$ 、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が $90\sim120\%$ 、熱応力のピーク温度が $100\sim200\%$ であり、熱応力のピーク値が $0.1\sim0.35$ g/d、熱応力のピーク値と100%での熱応力値が下記式(2)を満足する繊維が巻き付けられ、バルジ率が10%以下であることを特徴とするチーズ状パッケージ。
 - 0. $1.8 \le Q / R \le 0$. 4.5 · · · · 式 (1)
 - 0. 2 ≤ S / T ≤ 0. 8 5 ····式(2)

T:熱応力のピーク値(g/d)

S:100℃での熱応力値(g/d)

- 12. 熱応力のピーク値が 0. 1~0. 25 g/d、伸度が 35~50%であることを特徴とする請求の範囲 11記載のチーズ状パッケージ。
- 13.90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成されポリエステルを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融フィラメントを急冷して固体フィラメントに変え、30~80℃に加熱した周速度300~3500m/minの第一ロールに

巻き付け、次に巻き取ることなく100~160℃に加熱した第二ロールに巻き付け、第一ロールと第一ロールより大きい周速度を有する第二ロールの間で1.3~4倍に延伸した後、第二ロールよりも低速の巻取機を用いて巻き取るポリエステル繊維の製造方法。

14.90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成されポリエステルを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融フィラメントを紡口口金直下に設けた30~200℃の雰囲気温度に保持した長さ2~80cmの保温領域を通過させて急激な冷却を抑制した後、この溶融フィラメントを急冷して固体フィラメントに変え、30~80℃に加熱した周速度300~3500m/minの第一ロールに巻き付け、次に巻き取ることなく100~160℃に加熱した第二ロールに巻き付け、第一ロールと第一ロールより大きい周速度を有する第二ロールの間で1.3~4倍に延伸した後、第二ロールよりも低速の巻取機を用いて巻き取るポリエステル繊維の製造方法。

1.5. 9 0 重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成されポリエステルを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融フィラメントを急冷して固体フィラメントに変え、3 0 ~ 8 0 ℃に加熱した周速度 3 0 0 ~ 3 5 0 0 m/minの第一ロールに巻き付け、次に巻き取ることなく1 0 0 ~ 1 6 0 ℃に加熱した第二ロールに巻き付け、第一ロールと第一ロールより大きい周速度を有する第二ロールの間で1. 3 ~ 4 倍に延伸し、次いで第三ロールを用いて繊維を冷却させた後に第二ロールより低速の巻取機を用いて巻き取るポリエステル繊維の製造方法。

16.90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成されポリエステルを溶融紡糸する方法において、紡口より押出した溶融フィラメントを急冷して固体フィラメントに変えた後、油剤

が5~100重量%含まれている仕上げ剤を、該繊維に対して、油剤重量が0.2~3重量%となるように付与し、その後30~80℃に加熱した周速度300~3500m/minの第一ロールに巻き付け、次に巻き取ることなく100~160℃に加熱した第二ロールに巻き付け、第一ロールと第一ロールより大きい周速度を有する第二ロールの間で1.3~4倍に延伸した後、第二ロールよりも低速の巻取機を用いて巻き取ることを特徴とするポリエステル繊維の製造方法。

17.90重量%以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、熱応力のピーク値が0.1~0.35g/d、沸水収縮率5~16%、強度3g/d以上、伸度20~60%、弾性率Q(g/d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90~120℃であることを特徴とするポリエステル繊維が一部または全部に用いられている布帛。

$0 \quad 1 \quad 8 \leq Q / R \leq 0 \quad 4 \quad 5$

18. 用いられている繊維の熱応力のピーク値が 0. 1~0. 2 5g/d、伸度が 35~50%であることを特徴とする請求の範囲 17記載の布帛。

19.90 重量 %以上がポリトリメチレンテレフタレートから構成され、沸水収縮率が $5\sim1$ 6%、強度 3 g / d 以上、伸度 20~60%、弾性率Q(g / d)と弾性回復率R(%)の関係が下記式(1)を満足し、損失正接のピーク温度が90~120℃、熱応力のピーク温度が100~200℃であり、熱応力のピーク値が0. $1\sim0$. 35 g / d、熱応力のピーク値と100℃での熱応力値が下記式(2)を満足する繊維が一部または全部に用いられている布帛。

0. 18 ≤ Q / R ≤ 0. 45 ····式 (1)

0. 2 ≤ S / T ≤ 0. 8 5 ····式 (2)

T:熱応力のピーク値(g/d)

S:100℃での熱応力値(g/d)

20. 用いられている繊維の熱応力のピーク値が0. 1~0. 2 5g/d、伸度が35~50%であることを特徴とする請求の範囲 19記載の布帛。

Fig.1

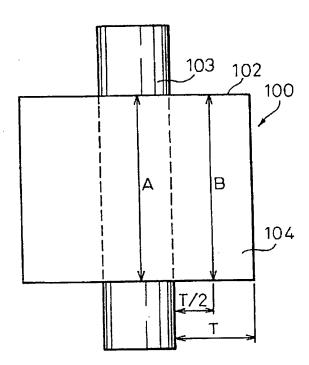


Fig.2

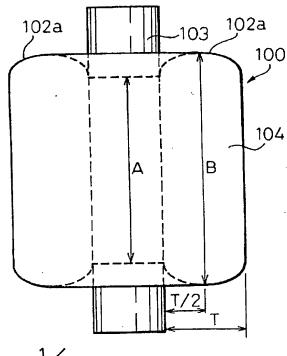


Fig.3

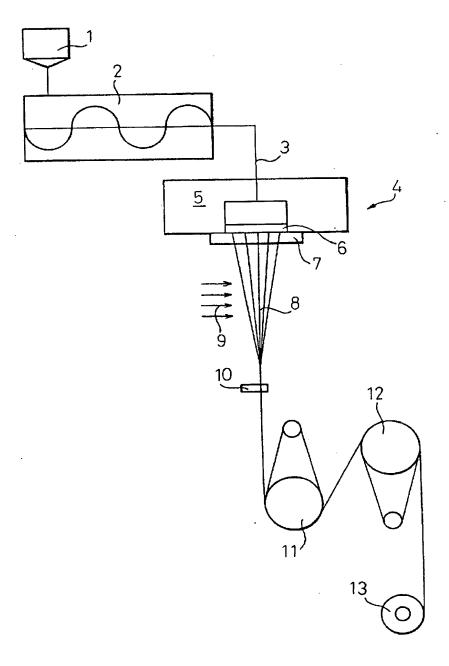
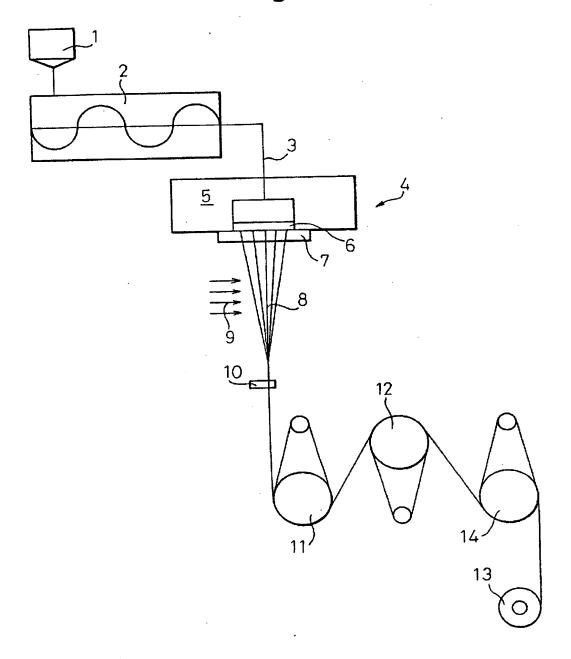


Fig.4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP98/05328

| A CLASSII | A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁶ D01F6/62 | | | | | | | | | |
|--|---|---|--|--|--|--|--|--|--|--|
| | According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC | | | | | | | | | |
| R STELDS SEARCHED | | | | | | | | | | |
| Minimum do Int. | Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁶ D01F6/62, D01F6/84, D01F6/92 | | | | | | | | | |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-1997 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1998 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) | | | | | | | | | | |
| Electronic da | ata base consulted during the international search (name | of data base and, where practicable, se | arch (chiis used) | | | | | | | |
| C. DOCU | MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | | | | | | | | |
| Category* | Citation of document, with indication, where appr | opriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. | | | | | | | |
| A | (modelin Ted) | | | | | | | | | |
| A | in so salad a (Modific Itd.) | | | | | | | | | |
| A | JP, 52-8123, A (Teijin Ltd.), 21 January, 1977 (21. 01. 77) | (Family: none) | | | | | | | | |
| | • | | | | | | | | | |
| Furth | ner documents are listed in the continuation of Box C. | See patent family annex. | | | | | | | | |
| * Specia "A" docum consid "E" earlie "L" docum cited specia "O" docum mean "P" docum | al categories of cited documents: ment defining the general state of the art which is not lered to be of particular relevance or document but published on or after the international filing date ment which may throw doubts on priority claim(s) or which is to establish the publication date of another citation or other al reason (as specified) ment referring to an oral disclosure, use, exhibition or other | "T" later document published after the inte date and not in conflict with the applic the principle or theory underlying the document of particular relevance; the considered novel or cannot be conside when the document is taken alone document of particular relevance; the considered to involve an inventive ste combined with one or more other such being obvious to a person skilled in the document member of the same patent. | ation but cited to understand invention claimed invention cannot be tred to involve an inventive step claimed invention cannot be p when the document is h documents, such combination to art family | | | | | | | |
| Date of the 26 | e actual completion of the international search February, 1999 (26. 02. 99) | Date of mailing of the international so 16 March, 1999 (1 | earch report 6.03.99) | | | | | | | |
| Name and Jap | mailing address of the ISA/ panese Patent Office | Authorized officer | | | | | | | | |
| Facsimile | No | Telephone No. | | | | | | | | |

国際出願番号 PCT/JP98/05328

| | 国際調金報告 | 国际山杨福 7 1 0 1 7 1 1 1 | |
|---------------------------------------|--|---|---|
| A. 発明の属 | する分野の分類(国際特許分類(IPC)) | | |
| Int. Cla D | 01F 6/62 | | |
| B. 調査を行 | iった分野 h小限資料(国際特許分類(IPC)) | | |
| | 01F 6/62, D01F 6/84, D01 | F 6/92 | |
| 日本国実 日本国公 日本国登 日本国実 | トの資料で調査を行った分野に含まれるもの 用新案公報 1926-1997年 開実用新案公報 1971-1996年 録実用新案公報 1994-1998年 用新案登録公報 1996-1999年 | | |
| 国際調査で使用 | 目した電子データベース(データベースの名称、3 | 爾査に使用した用語) | |
| C. 関連す | ると認められる文献 | | 関連する |
| 引用文献の | 引用文献名 及び一部の箇所が関連すると | きは、その関連する箇所の表示 | 請求の範囲の番号 |
| カテゴリー* A | JP, 59-211620, A (帝人 1984 (30. 11. 84) &DE S, 4565067, A&DE, 33 347944, C2 | 烘式 会社) 30.11月. | 1-20 |
| A | JP, 58-31114, A (帝人株 83 (23.02.83) (ファミリ | 式会社), 23.2月.19 ーなし) | 1-20 |
| A | JP, 52-8123, A (帝人株式 7 (21.01.77) (ファミリー | t会社), 21.1月.197 -なし) | 1-20 |
| | | | |
| □ C欄の続 | きにも文献が列挙されている。 | □ パテントファミリーに関する別 | 川紙を参照。 |
| 「A」特に関し、一番の「E」先行文の「L」優先相「工工のを指し」のである。 | でのカテゴリー 引連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す に献ではあるが、国際出願日以後に公表されたも 選主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 くは他の特別な理由を確立するために引用する (理由を付す) こよる開示、使用、展示等に習及する文献 出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 | の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表 て出願と矛盾するものではなく 論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、 の新規性又は進歩性がないと考 「Y」特に関連のある文献であって、 上の文献との、当業者にとって よって進歩性がないと考えられ 「&」同一パテントファミリー文献 | 、発明の原理文は理) 当該文献のみで発明 うえられるもの 当該文献と他の1以 ご自明である組合せに |
| 国際調査を | | 国際調査報告の発送日 16.5 | 03.99 |
| 国際調査機関 | 関の名称及びあて先 本国特許庁 (ISA/JP) | 特許庁審査官(権限のある職員) 松 縄 正 登 | 日 3 B 7 6 3 3 |
| 東 | 郵便番号100-8915 京都千代田区霞が関三丁目4番3号 | 電話番号 03-3581-110 | 1 内線 3319 |